

- For more records, click the Records link at page end.
- To change the format of selected records, select format and click **Display Selected**.
- To print/save clean copies of selected records from browser click **Print/Save Selected**.
- To have records sent as hardcopy or via email, click **Send Results**.

☒ Select All

☒ Clear Selections




Format

Full

1. ☒ 9/19/1

002208981

WPI Acc No: 1979-08127B/197905

**Collagen fibres prodn., esp. for medical purposes - by  
alkaline and acid treatment of skins**

Patent Assignee: FREUDENBERG FA CARL (FREU )

Inventor: BERG A; ECKMAYER Z; KUEHN J

Number of Countries: 003 Number of Patents: 003

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
DE 2730623	B	19790125				197905 B
US 4185011	A	19800122				198005
JP 55040869	A	19800322				198018

Priority Applications (No Type Date): DE 2730623 A 19770707

Abstract (Basic): DE 2730623 B

In the prodn. of collagen fibres from skins and/or waste skins, sinews etc. the washed and disintegrated starting material is treated with strong alkali with an amide-N content of 0.30-0.40 mole/g, then subjected to swelling in acid medium, with thorough mixing. It is then washed, subjected to mechanical disintegration and then to shrinkage by addn. of suitable salts or organic solvents and opt. fixed. It is dried to a water content of 20-40 wt. % opt. treated with physiologically harmless softener and then resolved to fibres.

The process preserves the natural character of the collagen as far as possible and gives a high grade prod. suitable for contact with wounds and for use in surgery.

Title Terms: COLLAGEN; FIBRE; PRODUCE; MEDICAL; PURPOSE; ALKALINE; ACID; TREAT; SKIN

Index Terms/Additional Words: SURGICAL

Derwent Class: A11; A96; D22; F01

International Patent Class (Additional): C07G-007/00; D01C-003/00; D01F-004/00

File Segment: CPI

Manual Codes (CPI/A-N): A03-C01; A11-C05; A12-S05L; A12-V03; D09-C; F01-A01; F01-B01; F04-E04

Plasdoc Codes (KS): 0036 0037 0042 0060 0204 0206 0211 0212 0229 1986 2020

2198 2231 2236 2300 2318 2319 2325 2328 2330 2378 2382 2386 2397 2398

2400 2410 2484 2486 2493 2524 2525 2569 2571 2606 2629 2651 2675 2677

2765 2769 2820 2821 2676

Polymer Fragment Codes (PF):

\*001\* 011 03- 06- 075 09- 15- 18- 228 231 246 256 29& 315 316 32& 33& 341  
342 359 368 392 399 402 405 408 409 42- 420 427 43& 45- 473 48- 481  
525 528 529 532 533 535 541 544 546 551 567 575 592 593 62- 645 662  
664 665 667 681 697 720 725 726

7

Derwent WPI (Dialog® File 351): (c) 2001 Derwent Info Ltd. All rights reserved.

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

<input checked="" type="checkbox"/> Select All	<b>Format</b> Full
<input checked="" type="checkbox"/> Clear Selections	
Print/Save Selected	Send Results

© 2001 The Dialog Corporation plc

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

51

Int. Cl. 2:

D 01 F 4/00

19 BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES PATENTAMT



DE 27 30 623 B 1

A24515

11

# Auslegeschrift 27 30 623

21

Aktenzeichen: P 27 30 623.6-43

22

Anmeldetag: 7. 7. 77

23

Offenlegungstag: —

24

Bekanntmachungstag: 25. 1. 79

31

Unionspriorität:

22 23 31

54

Bezeichnung: Verfahren zur Herstellung von Kollagenfasern

71

Anmelder: Fa. Carl Freudenberg, 6940 Weinheim

72

Erfinder: Eckmayer, Zdenek, Dipl.-Chem., 6900 Heidelberg;  
Berg, Alexander, Dipl.-Chem. Dr., 6945 Hirschberg;  
Kühn, Joachim, Dipl.-Chem. Dr., 6940 Weinheim

56

Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht gezogene Druckschriften:

DE-OS 19 29 856

DE-OS 16 69 531

DE 27 30 623 B 1

## Patentansprüche:

1. Verfahren zur Herstellung von Kollagenfasern, insbesondere für medizinische Verwendung, durch alkalischen und sauren Aufschluß von Haut und/oder Hautabfällen, Sehnen oder dergleichen, dadurch gekennzeichnet, daß das gewaschene und zerkleinerte Ausgangsmaterial bis zu einem Amid-Stickstoffgehalt von ca. 0,30 bis 0,40 mol/g in einer ersten Stufe in an sich bekannter Weise der Einwirkung starker Alkalien unterworfen und anschließend in einer sofort nachfolgenden Stufe in saurem Milieu unter guter Durchmischung gequollen wird und daß das so erhaltene Material gewaschen, mechanisch aufgeschlossen, dann durch Zugabe von geeigneten Salzen oder organischen Lösungsmitteln entquollen, gegebenenfalls fixiert und auf ca. 20 bis 40 Gewichtsprozent Feuchtigkeit, bezogen auf das Trockengewicht der Fasern, entwässert wird, und daß anschließend, gegebenenfalls nach Zugabe eines physiologisch unbedenklichen Weichmachers, die Masse zu Fasern aufgelöst wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Material nach dem Abbau in alkalischem Milieu auf einen Amid-Stickstoffgehalt von ca. 0,30 bis 0,40 mol/g so lange mit der Säure behandelt wird, bis die Masse glasartig aussieht, wobei eine starke Quellung eintritt.
3. Verfahren nach Anspruch 1 bis 2, dadurch gekennzeichnet, daß das mit starken Alkalien behandelte Material zur Erzielung einer geringeren Quellung mit Phosphorsäure, Ameisensäure, Schwefelsäure oder Salzsäure bei pH-Werten von ca. 0,5 bis 1,5 behandelt oder zur Erzielung einer stärkeren Quellung bei pH-Werten von ca. 2,5 bis 3,5 mit Essigsäure, Zitronensäure oder Milchsäure behandelt wird.
4. Verfahren nach Anspruch 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß als Ausgangsmaterial Rindspalte, insbesondere Halbspalte, verwendet werden, wobei sich das Material in verschiedenen Zustandsformen befinden kann und wobei das gegebenenfalls unterschiedliche Material jeweils einer getrennten alkalischen Behandlung so lange unter Verwendung von gegebenenfalls unterschiedlichen Alkalien unterworfen wird, bis gleichmäßige Amid-Stickstoffwerte des Materials erhalten werden und anschließende Vereinigung der getrennt alkalisch behandelten Lösung.
5. Verfahren nach Anspruch 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Auflösung des entquollenen und gegebenenfalls mit Weichmacher versetzten Materials mechanisch bewirkt wird.
6. Verfahren nach Anspruch 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß zu dem alkalisch und sauer behandelten Material nach dem mechanischen Aufschluß zur Erhöhung der Faserfestigkeit eine geeignete Salzlösung zugefügt wird, wobei die Salzmenge 5 bis 20 Gewichtsprozent, bezogen auf das Fasergewicht, beträgt.
7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß an sich zur Aussalzung von Eiweißstoffen bekannte Salze verwendet werden, wobei der Aussalzeffekt gemäß den Hoffmeister'schen Reihen eingestellt wird.
8. Verfahren nach Anspruch 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß als physiologisch unbedenkli-

cher Weichmacher eine ca. 5%ige Lösung von Ölsäure in Aceton oder eine ca. 5%ige Lösung von Glycerin in Äthylalkohol verwendet wird.

9. Verfahren nach Anspruch 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Kollagenfasern nach dem Entquellen mit medizinischen Wirkstoffen versetzt und gegebenenfalls in an sich bekannter Weise sterilisiert werden.

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von hochwertigen Kollagenfasern zur Verwendung insbesondere auf medizinischem jedoch auch auf technischem Sektor. Hierbei werden Haut und/oder Hautabfälle, Sehnen oder dergleichen in alkalischem und saurem Milieu aufgeschlossen.

Es ist an sich bekannt, aus Haut, Hautabfällen oder dergleichen Kollagenprodukte durch alkalischen oder sauren Aufschluß bzw. enzymatischen Abbau herzustellen. Auf diese Weise lassen sich auch Kollagenfasern gewinnen. Diese Fasern sind jedoch nicht für alle Zwecke brauchbar. Bei der Verarbeitung findet, sofern nicht besonders schonend vorgegangen wird, eine Alterung bzw. Umstrukturierung der Kollagenfibrillen statt, so daß der native Charakter mehr oder weniger verlorengeht. Für technische Zwecke ist dies bedeutungslos und auch auf medizinischem Gebiet, z. B. bei der Verwendung des Kollagenmaterials in oberflächlich auf die Haut aufgetragenen Mitteln, spielt eine geringe Veränderung keine Rolle. Lediglich bei der Einarbeitung in hochwirksame Cremes ist es erwünscht, daß der native Charakter des Kollagens mehr oder weniger erhalten bleibt.

Aus der DE-OS 16 69 531 ist bereits ein Verfahren zur Herstellung von Kollagenfaserstoffen bekanntgeworden, bei welchem Abfallrohstoffe der Gerbereiverarbeitung in der vorstehend geschilderten Weise bis zu einem Amidstickstoffgehalt von 0,1 bis 0,5 Gewichtsprozent aufgeschlossen und anschließend gegerbt, gewaschen und mechanisch zerkleinert werden. Das vor dem Abbau stark gegerbte Material enthält nur sehr grobe Kollagenfasern und mehr oder weniger große Anteile nichtfaseriger Substanzen. Man erhält nach dem Verarbeiten zwar ein Fasermaterial, das jedoch nur für die Textiltechnologie noch brauchbar ist, nicht dagegen für medizinische Anwendung. Auch ein Fasermaterial wie es aus der DE-OS 19 29 856 bekannt ist, läßt sich auf medizinischem Gebiet nicht verwenden. Man erhält hier durch eine intensive Säurebehandlung von Gerbereiabfällen wie Maschinenleimleder ein entquollenes Material, welches dann mechanisch zerfasert wird. Auch hier werden nicht gereinigte und stark gegerbte Lederabfälle verarbeitet. Das erhaltene Produkt ist nicht resorbierbar und stark vernetzt. Der Kollagenanteil ist nicht nur verunreinigt sondern auch gealtert.

Bei der Verwendung von Kollagenmaterial bzw. Kollagenfasern, z. B. in Kontakt mit Wundflächen, muß der native Charakter des Kollagens soweit wie möglich bewahrt werden. In dieser Hinsicht ist das bisher bekannte Material entweder überhaupt nicht brauchbar oder stark verbesserungsbedürftig. Der Erfindung liegt demnach die Aufgabe zugrunde, ein besonders hochwertiges Kollagenmaterial insbesondere für medizinische Anwendung zu entwickeln, welches die vorstehend erwähnten Nachteile nicht aufweist und bedenkenlos für Wundflächen jeglicher Größe und Art bzw. in der

Chirurgie verwendet werden kann.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß durch ein Verfahren gelöst, welches Haut und/oder Hautabfälle, Sehnen oder dergleichen alkalisch und sauer aufschließt und die entquollene Masse nach dem Entwässern zu Fasern auflöst. Das Verfahren ist dadurch gekennzeichnet, daß das gewaschene und zerkleinerte Ausgangsmaterial bis zu einem Amidstickstoffgehalt von ca. 0,30 bis 0,40 mol/g in einer ersten Stufe in an sich bekannter Weise der Einwirkung starker Alkalien unterworfen und anschließend in einer sofort nachfolgenden Stufe in saurem Milieu unter guter Durchmischung gequollen wird und daß das so erhaltene Material gewaschen, mechanisch aufgeschlossen, dann durch Zugabe von geeigneten Salzen oder organischen Lösungsmitteln entquollen, gegebenenfalls fixiert und auf ca. 20 bis 40 Gewichtsprozent Feuchtigkeit, bezogen auf das Trockengewicht der Fasern, entwässert wird, und daß anschließend, gegebenenfalls nach Zugabe eines physiologisch unbedenklichen Weichmachers, die Masse zu Fasern aufgelöst wird.

Die so erhaltenen Kollagenfasern sind reine native Fasern und weisen demgemäß auch alle Eigenschaften des nativen Kollagens auf. Sie sind insbesondere für medizinische Zwecke geeignet und können auf dem Wege des Metabolismus im Organismus durch eigene Enzyme verlegt und damit rückstandsfrei naturgemäß beseitigt werden. Es ist zwar möglich, daß die Resorptionszeit der Fasern schwankt, jedoch kann man diese Resorptionszeit in Grenzen von einigen Tagen bis zu einigen Monaten durch geeignete Führung des Verfahrens, z. B. durch den Grad der Fixierung (Gerbung), variieren. Die vorteilhaften Eigenschaften des nativen Kollagens bleiben dabei stets erhalten und auch die hohe Wasserdampfaufnahmefähigkeit, welche die Kollagenfasern auch für technische Anwendungszwecke sehr geeignet macht. Ja nachdem ob die Fasern nach dem Aufschluß durch Säureeinwirkung anschließend mit oder ohne Fixierung weiterbehandelt werden, erhält man unterschiedliche Produkte. Durch das Fixieren beeinflusst man die Quellfähigkeit (Geliefähigkeit), die mechanische Festigkeit und das Vermögen der Fasern, Flüssigkeit aufzunehmen bzw. zu resorbieren.

Verfahren zur Herstellung von Kollagenfasern aus Hautmaterialien sind an sich bekannt. So beschreibt die DE-AS 14 94 740 ein Verfahren zur Herstellung von Kollagenfasern für die Herstellung von Lederfaserverwerkstoffen, wobei als Rohstoff gegerbtes Lederrohmaterial dient. Dieses Material wird geweicht, entwässert und einer Schlagbehandlung unterworfen. Die so behandelte Fasersubstanz wird zur Gewinnung der eigentlichen Fasern dicht um eine rotierende Walze gewickelt, die mit einem Kratzenbelag versehen ist und einzelne Fasern herauslöst. Diese Technologie ist sehr einfach und die erhaltenen Fasern sind demgemäß grob und enthalten große Anteile von Noppen. Die Fasern können nur für technische Zwecke verwendet werden und sind verständlicherweise für medizinische Anwendungen unbrauchbar.

Nach DE-OS 16 19 288 werden Kollagenfasern aus Unterhautbindegewebe, Spalt-, Maschinenleimleder oder dergleichen durch alkalischen Aufschluß, z. B. mit Calcium-Hydroxyd, nachträgliches Äschern, Gerben und mechanisches Zerfasern erhalten. Die Kollagenfasern sind ebenfalls sehr grob und enthalten viele Noppen. Auch hier scheidet eine medizinische Anwendung aus.

Die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren herge-

stellten Kollagenfasern sind dagegen noppentfrei und ausgezeichnet für medizinische Zwecke zu verwenden. Bei der Anwendung des Verfahrens sind hohe Ansprüche an Sauberkeit sowohl für die Rohstoffe, Chemikalien als auch für die Arbeitsgeräte notwendig.

Als Rohstoff eignen sich grundsätzlich Haut, Hautabfälle, Sehnen oder dergleichen. Als bester Rohstoff erwiesen sich jedoch Rindspalte aus Hälsen. Diese Spalte enthalten sehr lange Fasern mit den wenigsten Noppen und sind in verhältnismäßig großen Mengen zugänglich. Grundsätzlich kann man jedoch auch andere Kollagenfasern enthaltende Rohstoffe verwenden, wobei unter Umständen mit etwas schlechteren Ergebnissen gerechnet werden muß.

Das erfindungsgemäße Verfahren arbeitet in mehreren Stufen. Die erste Stufe der Bearbeitung ist die Behandlung des zerkleinerten und gewaschenen Ausgangsmaterials mit Alkalien. Dieser Arbeitsgang ist an sich aus der Leder- und Gelatineherstellung bekannt. Er findet auch Anwendung bei der Herstellung von Kollagenmaterial zur Verarbeitung zu Wursthüllen oder dergleichen. Bei der alkalischen Behandlung wird das Hautgefüge aufgeschlossen. Proteine, die nicht aus Kollagen bestehen, werden entfernt, z. B. Proteoglykane, welche zu antigenen Produkten führen würden. Der Aufschluß läßt sich durch Bestimmung des Amid-Stickstoffes kontrollieren. Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren findet der Abbau zweckmäßig bis zu einem Amid-Stickstoffgehalt zwischen 0,30 und 0,40 mol/g statt.

In einer zweiten und sofort nachfolgenden Stufe wird das Material mit anorganischen oder organischen Säuren behandelt. Hierbei werden säureempfindliche Begleitstoffe beseitigt. Nach der sauren Behandlung wird zuzüglich das Lederfasergefüge aufgelockert und die Masse so für die Isolierung der Fasern vorbereitet. Die Säurebehandlung wird solange durchgeführt, bis das Material homogen durchgesäuert ist. Anschließend wird es gewaschen, und zwar zweckmäßig solange, bis der pH-Wert des Materials zwischen 2,5 und 4,0 (je nach verwendeter Säure) durch den gesamten Querschnitt der Haut bzw. Masse beträgt.

Die Masse liegt nach der Säurebehandlung in angequollenem Zustand vor. Es folgt jetzt die mechanische Auflösung, welche vorzugsweise mit Hilfe von Quetschvorrichtungen, z. B. auf Friktion laufender Walzenpaare, deren Oberfläche profiliert sein kann, durchgeführt wird.

Es ist erwünscht, daß die Kollagenfasern eine ausreichende Festigkeit aufweisen. Zu diesem Zwecke wird die Fasermasse nach der mechanischen Auflösung durch Zugabe von Salzen, z. B. Kochsalz, oder durch Veränderung des pH-Wertes oder durch die Wirkung von organischen Lösungsmitteln entquollen. Das Entquellen erfolgt zweckmäßig durch Zugabe einer konzentrierten, z. B. 30%igen Kochsalzlösung. Die Endmenge des NaCl soll etwa 10%, bezogen auf das Fasergewicht, betragen. Es sind auch andere in der Eiweißchemie übliche Salze wie z. B. Ammoniumsulfat oder Natriumsulfat brauchbar. Die Kollagenfasern können anschließend mit Hilfe eines physiologisch geeigneten Weichmachers versetzt werden, so daß sie eine höhere Geschmeidigkeit erhalten. Man verwendet etwa 10 bis 15 g Weichmacher auf 1 kg Fasern.

Das entquollene Fasermaterial wird nun fixiert. Die Fixierung richtet sich nach dem jeweils für den speziellen Verwendungszweck erwünschten optimalen Faserzustand.

Grundsätzlich bestehen zwei Möglichkeiten

1. Die entquollene und teilweise weichgemachte Fasermasse wird in der Salzlösung mit Hilfe von Formaldehyd vernetzt. Der pH-Wert wird z. B. durch Zugabe von  $\text{NaHCO}_3$  auf 5 bis 8 eingestellt und 0,5 bis 4% Formaldehyd, bezogen auf den Gehalt der Masse an Fasern, zugesetzt. Die Vernetzung findet innerhalb von meist ein bis fünf Stunden statt und die Masse wird anschließend von überschüssigem Salz durch Waschen mit klarem Wasser befreit. Die Vernetzung mit Formaldehyd ist eine milde und gut steuerbare Methode. Sie führt jedoch zu Quervernetzungen, die gegenüber Säuren relativ instabil sind. Auch in neutralem Milieu findet eine langsame und kontinuierliche Hydrolyse unter Abspaltung von Formaldehyd statt. Zur Stabilisierung der durch Formaldehyd bewirkten Quervernetzung werden die so fixierten Kollagenfasern zweckmäßig mit reduzierend wirkenden Mitteln, z. B. mit Natriumborhydrid in einem 20 bis 100fachen molaren Überschuß bei einem pH-Wert von etwa 6–8 behandelt, wobei stabile Vernetzungen entstehen. Die Reduktion findet sofort statt, so daß das Fasermaterial nach ca. fünfminütiger Reduktion zur Entfernung von überschüssigem Natriumborhydrid mehrfach gewaschen werden kann. Als Waschflüssigkeit empfiehlt sich Wasser in reichlicher Menge. Das Material wird dann gepreßt und mit einem organischen Lösungsmittel oder mit einer Lösungsmittelreihe entwässert. Die Wahl des geeigneten Lösungsmittels bzw. Lösungsmittelgemisches läßt sich gegebenenfalls durch geeignete Vorversuche ermitteln. Als letztes Bad empfiehlt es sich, Äthylalkohol mit einem physiologisch unbedenklichen Weichmacher zu verwenden. Das so hergestellte Material wird getrocknet und ist direkt zur Weiterverarbeitung bzw. Verwendung geeignet.
2. Die entquollene und teilweise weichgemachte Fasermasse wird bei nahezu neutralem pH-Wert (6,5 bis 7,5) von Salz und Fett gründlich mit destilliertem Wasser ausgewaschen, anschließend abgequetscht und mit einem organischen Lösungsmittel entwässert. Diese Technologie ergibt besonders saubere Kollagenfasern, die unmittelbar für medizinische, insbesondere aus spezialmedizinische Zwecke verwendet werden kann. Es ist zweckmäßig, das Kollagenfaserprodukt in neutralem, physiologisch passendem Milieu (pH = 7,0 bis 7,2) mit einer Puffersubstanz zu behandeln, wenn eine besonders gute Verträglichkeit im Hinblick auf Zellabwehrreaktionen erwünscht ist. Das Produkt kann mit Zusätzen wie Medikamenten und Drogen versetzt werden. Man erhält so wirkstoffhaltige Kollagenfasern. Die Kollagenfasern können in an sich bekannter Weise sterilisiert werden, zweckmäßig mit Gammastrahlen oder durch Einwirkung geeigneter Gase wie Äthylenoxid. Die Auflösung der entquollenen und gegebenenfalls mit Wirkstoffen oder dergleichen versehenen bzw. weichmacherhaltigen Fasermasse erfolgt vorzugsweise mechanisch, z. B. mit einem Hochdruckwasserstrahl v m mindestens 5 atü. Es ist möglich, die Kollagenfasern mit unterschiedlichen Faserstärken nach den in der Textilverarbeitung üblichen Methoden zu behandeln. Die Kollagenfasern können z. B. als Ausgangsmaterial für nicht gewebt Textilien und für gewebte,

gewirkte oder sonstwie gestaltete Produkte verwandt werden. Man kann hierbei die Kollagenfasern mit bekannten natürlichen und/oder synthetischen Fasern mischen.

Die nachfolgenden Beispiele dienen der näheren Erläuterung der Erfindung.

#### Beispiel 1

Spaltmaterial aus Rinderhälsen wird nach einem bei der Lederherstellung üblichen Verfahren durch Weichen, Äschern und Abspalten der Narbenschicht vorbereitet und dann mit frischem Wasser  $\frac{1}{2}$  Stunde im Holländer gewaschen. Das Material wird 10 Tage lang mit einer 2%igen Calciumhydroxydlösung behandelt und dann erneut mit Wasser gewaschen. Der Amid-Stickstoff beträgt nunmehr 0,38 mol/g.

Zur Entkalkung wird das Material 2 Stunden mit Ammoniumsulfat in einer Menge von 1,5 Gewichtsprozent, bezogen auf das Blößengewicht, behandelt, wobei das Verhältnis Blöße zu Flotte etwa 1 : 1,5 beträgt und dann im Faß gewalkt. Das Ammoniumsulfat wird zweckmäßig in 3 Portionen der Flotte zugegeben.

Nach dem Entkalken wird das Material im Gerberfaß mit Schwefelsäure angesäuert. Der pH-Wert beträgt 0,8 bis 1,2. Hierzu wurden 2 Gewichtsprozent Schwefelsäure, bezogen auf das Blößengewicht, zugegeben. Das Verhältnis von Blöße zu Flotte betrug etwa 1 : 1,5 und die Behandlungsdauer 4 Stunden. Das Material wird regelmäßig mit fließendem Wasser solange im Faß gewaschen, bis der pH-Wert des Rohstoffes 3,0 beträgt. Nach dieser Behandlung erhält man ein Trockengewicht von 16%.

Die so chemisch vorbereiteten Spalte werden in Stücke von ca. 30 x 20 cm geschnitten und mit Riffelwalzen aufgeschlossen. Die Behandlung wird dreimal wiederholt, wobei der Druck zweckmäßig bei jedem neuen Kalanderprozeß erhöht wird.

Zu der Masse der angequollenen Fasern werden 5 Gewichtsprozent Kochsalz und 50 Gewichtsprozent Wasser, bezogen auf das Blößengewicht, zugegeben. Die Masse bleibt dann 2 Stunden sich selbst überlassen und wird dann abgequetscht.

Die in vorstehend beschriebener Weise hergestellten Kollagenfasern werden nun mit Formaldehyd fixiert (10% Kochsalzlösung, pH mit Sodalösung auf 7,0 eingestellt, 3 Stunden Behandlungsdauer, Formaldehyd-Gehalt 3 Gewichtsprozent, bezogen auf das Blößengewicht, Verhältnis Blöße zu Flotte wie 1 : 2,5). Nach der Fixierung wird das Material salzfrei gewaschen und abgequetscht. Es folgt nun zusätzlich eine Entwässerung mit Aceton. Dieser Entwässerungsvorgang wird dreimal wiederholt. Anschließend wird das Material mit einer 5%igen alkoholischen Glycerin-Lösung behandelt und schließlich abgequetscht und lösungsmittelfrei getrocknet. Die Fasern enthalten noch 35 Gewichtsprozent Feuchtigkeit.

Nach dem Trocknen werden die Fasern aufgelöst. Hierzu wird das Material einer Krempel mit Ganzstahlbelag zugeführt. Die Durchschnittslänge der erhaltenen Kollagenfasern nach dem Auflösen beträgt etwa 2,8 cm. Die Fasern sind physiologisch einwandfrei und können ohne weitere Zwischenbehandlung verwendet werden.

#### Beispiel 2

Rohstoff und alkalische Behandlung werden gemäß Beispiel 1 durchgeführt. Der Wert des Amid-Stickstoffs



beträgt demgemäß ebenfalls 0,38 mol/g. Das Material wird jedoch nicht entkalkt, sondern direkt nach dem Waschen mit Salzsäure im Gerberfaß gesäuert (10% Salzsäure, bezogen auf das Blößengewicht, Verhältnis Blöße zu Flotte = 1 : 2,5 Stunden Behandlungsdauer).

Der pH-Wert des Materials nach dem Säuern beträgt 1,0 und ist über den gesamten Querschnitt konstant. Es folgt ein Waschvorgang mit fließendem Wasser, der sich über 2 Stunden erstreckt. Nach dem Waschen beträgt der pH-Wert des Materials 3,0. Das Trockengewicht liegt bei 14%.

Die chemisch vorbereiteten Spalte werden nun auf Stücke von ca. 20 x 30 cm geschnitten und mit Hilfe eines Kalanders mit auf Fraktion laufenden Walzenpaaren aufgeschlossen. Die Behandlung wird viermal wiederholt, wobei der Druck bei jedem neuen Kalandergang erhöht wird.

Der angequollenen Fasermasse wird nun eine gesättigte Ammoniumsulfatlösung zugefügt. Die Masse bleibt 2 Stunden sich selbst überlassen. Nach dieser Zeit wird der pH-Wert mit Sodalösung auf 5 eingestellt und zur Fixierung des Materials wird Glutardialdehyd (3% bezogen auf das Blößengewicht) zugefügt. Nach 2 Stunden wird der pH-Wert mit Sodalösung auf 6,5 eingestellt und nach einer weiteren Stunde ist die Fixierung beendet. Das Material wird salzfrei gewaschen und abgequetscht und anschließend wie in Beispiel 1 beschrieben entwässert.

Die Fasern enthalten noch etwa 35% Feuchtigkeit. Nach dem Auflösen erhält man Kollagenfasern mit

einer Durchschnittslänge von 2,5 cm. Die Fasern sind sofort verwendbar.

### Beispiel 3

- 5 Rohstoff und alkalische Behandlung entsprechen den Angaben in Beispiel 1. Nach dem Waschen folgt ohne Entkalkung direkt die saure Behandlung des Materials mit Essigsäure bei einem pH-Wert des Materials von 3,0. Es werden 10% Essigsäure, bezogen auf das Blößengewicht, verwendet. Die Einwirkzeit beträgt 2 Stunden und das Verhältnis Blöße zu Flotte liegt bei 1 : 2. Anschließend wird das Material mit fließendem Wasser im Faß gewaschen, wobei der pH-Wert auf 3,8 steigt. Das Trockengewicht beträgt nach der Behandlung 18%.
- 10 Die mechanische Behandlung und Entquellung wird anschließend wie in Beispiel 1 beschrieben durchgeführt, wobei die Fasermasse jedoch stark geschleudert wird. Nach dem Schleudern stellt man das Material mit destilliertem Wasser, das mit Ammoniak schwach
- 15 alkalisch (pH = 7,5) gemacht wurde, salzfrei gewaschen und abgequetscht. Es folgt eine Entwässerung mit Aceton. Dieser Arbeitsvorgang wird dreimal wiederholt. Anschließend wird das Material nochmals abgequetscht und lösungsmittelfrei getrocknet. Die Fasern
- 20 enthalten noch etwa 30% Feuchtigkeit und werden über einen Reißwolf und anschließend mit Hilfe einer Krempel aufgelöst. Die Durchschnittslänge der Kollagenfasern beträgt etwa 2,5 cm. Auch hier kann unmittelbar die Verwendung bzw. Weiterverarbeitung
- 25 angeschlossen werden.
- 30

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**